
**Médecine bucco-dentaire — Essais
d'adhésion à la structure de la dent**

Dentistry — Testing of adhesion to tooth structure

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TS 11405:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d726cfb6-773b-4195-b42a-25ba34cc787e/iso-ts-11405-2015)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d726cfb6-773b-4195-b42a-25ba34cc787e/iso-ts-11405-2015>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/TS 11405:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d726cfb6-773b-4195-b42a-25ba34cc787e/iso-ts-11405-2015>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2015

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire	Page
Avant-propos	4
Introduction.....	5
5.1 Essais d'adhérence	3
5.1.1 Généralités	3
5.1.2 Substrat dentaire et stockage.....	3
5.1.3 Traitement des résultats.....	5
5.1.4 Adhérence par traction	6
5.2 Essai de mesurage des défauts d'adaptation marginale pour l'adhésion à la dentine.....	8
5.2.1 Généralités	8
5.2.2 Substrat dentaire et stockage.....	8
5.2.3 Préparation de la cavité	9
5.2.4 Méthode d'obturation	9
5.2.5 Stockage des éprouvettes	9
5.2.6 Mesurage des défauts d'adaptation marginale.....	9
5.3 Essai de micro-infiltration.....	10
5.3.1 Généralités	10
5.3.2 Substrat dentaire et stockage.....	10
5.3.3 Préparation de la cavité	10
5.3.4 Méthode d'obturation	10
5.3.5 Stockage des éprouvettes	11
5.3.6 Mesurage de la micro-infiltration.....	11
5.3.7 Traitement des résultats.....	11
5.4 Essais d'utilisation clinique	11
5.4.1 Introduction	11
5.4.2 Méthode	12
5.4.3 Restaurations	12
5.4.4 Durée de l'étude	12
5.4.5 Taille de l'échantillon.....	12
5.4.6 Procédures cliniques.....	12
5.4.7 Évaluation.....	12
5.4.8 Traitement des résultats.....	12
Annexe A (informative) Exemples de méthodes d'essai pour le mesurage de l'adhérence	13
Bibliographie.....	14

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

ISO/TS 11405:2015

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [Avant-propos — Informations supplémentaires](#).

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 106, *Médecine bucco-dentaire*, sous-comité SC 1, *Produits pour obturation et restauration*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO/TS 11405:2003), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Introduction

En médecine dentaire restauratrice, l'adhérence est un domaine important. L'objet de la présente Spécification technique est de décrire différentes procédures cliniques et de laboratoire consistant à pouvoir fournir des preuves de l'effet ou de la qualité d'une liaison entre un matériau dentaire et la structure dentaire. En acquérant de l'expérience avec des méthodes d'essai différentes, une corrélation entre la performance en laboratoire et la performance clinique des matériaux peut être recherchée.

Les matériaux adhésifs sont utilisés dans de nombreux types de travaux de restauration et de prévention. Même si la contrainte exercée sur le joint collé peut, dans la plupart des cas, se définir comme une contrainte en traction, en cisaillement ou une combinaison des deux, il n'existe pas d'essais de laboratoire ou cliniques spécifiques qui puissent être valides pour l'ensemble des diverses applications cliniques des matériaux adhésifs.

Les performances relatives des matériaux censés adhérer à la structure dentaire ont été examinées en réalisant une évaluation en laboratoire de l'adhérence. Bien que cette adhérence ne puisse laisser présager le comportement clinique exact, elle pourrait servir à comparer les matériaux adhésifs.

L'ISO 29022 ^[1], décrit l'essai d'adhérence par cisaillement sur échantillons à bord entaillé qui constitue une publication importante sur le sujet.

L'Annexe A énumère plusieurs méthodes de laboratoire publiées concernant le mesurage de l'adhérence par traction.

Les essais d'adhérence sont également courants en science des matériaux en général et une publication dressant la liste où de nombreux systèmes ont été répertoriés a été fournie à titre informatif^[2].

[ISO/TS 11405:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d726cfb6-773b-4195-b42a-25ba34cc787e/iso-ts-11405-2015)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d726cfb6-773b-4195-b42a-25ba34cc787e/iso-ts-11405-2015>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TS 11405:2015](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d726cfb6-773b-4195-b42a-25ba34cc787e/iso-ts-11405-2015>

Médecine bucco-dentaire — Essais d'adhérence à la structure dentaire

1 Domaine d'application

La présente Spécification technique donne des conseils pour le choix, le stockage et la manipulation du substrat, et indique les caractéristiques essentielles des différentes méthodes d'essai permettant de vérifier la qualité de la liaison adhésive entre les matériaux dentaires de restauration et la structure dentaire, c'est-à-dire l'émail et la dentine. Elle décrit un essai de mesurage de l'adhérence par traction, un essai de mesurage des défauts d'adaptation marginale au pourtour des obturations, un essai de micro-infiltration, et elle fournit des recommandations sur les essais d'utilisation clinique de ces matériaux. L'Annexe A indique à titre informatif quelques méthodes d'essai spécifiques de mesurage de l'adhérence.

La présente Spécification technique n'inclut pas d'exigences relatives aux matériaux adhésifs ou à leurs performances.

2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 1942:2009, *Médecine bucco-dentaire — Vocabulaire*

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 3823-1:1997, *Instruments rotatifs dentaires — Fraises — Partie 1 : Fraises en acier et en carbure*

ISO 6344-1:1998, *Abrasifs appliqués — Granulométrie — Partie 1 : Contrôle de la distribution granulométrique*

ISO 14155, *Investigation clinique des dispositifs médicaux pour sujets humains — Bonnes pratiques cliniques*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 1942 ainsi que les suivants s'appliquent.

3.1

adhérer

être en état d'*adhérence* (3.2)

3.2

adhérence

état dans lequel deux surfaces sont maintenues ensemble par des forces interfaciales

3.3

adhérent

corps qui est maintenu ou destiné à être maintenu en contact avec un autre corps par un *adhésif* (3.5)

3.4

adhésion

état dans lequel deux surfaces sont maintenues en contact par des forces chimiques ou physiques, ou les deux, à l'aide d'un *adhésif* (3.5)

3.5

adhésif

substance capable de maintenir des matériaux en contact

3.6

adhérence (résistance à la rupture)

force par unité de surface nécessaire pour rompre un joint collé, la rupture apparaissant à l'interface *adhésif* (3.5)/*adhérent* (3.3) ou à proximité

3.7

micro-infiltration

passage de substances, par exemple salive, ions, composés ou sous-produits bactériens, entre une paroi de cavité et le matériau de restauration

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

3.8

substrat

matériau à la surface duquel un *adhésif* (3.5) est étalé pour divers usages, comme par exemple pour le collage ou le revêtement

ISO/TS 11405:2015

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d726cfb6-773b-4195-b42a-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d726cfb6-773b-4195-b42a-255b34ac7871/iso-ts-11405-2015)

[255b34ac7871/iso-ts-11405-2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d726cfb6-773b-4195-b42a-255b34ac7871/iso-ts-11405-2015)

4 Échantillonnage

Il convient que la quantité de matériau soumis à essai soit suffisante pour tous les essais prévus et que le matériau provienne du même lot.

5 Méthodes d'essai

La présente Spécification technique décrit les caractéristiques essentielles de divers types d'essais :

- a) mesurage de l'adhérence par traction ;
- b) essais de mesurage des défauts d'adaptation marginale pour l'adhésion à la dentine ;
- c) essais de micro-infiltration ;
- d) essais d'utilisation clinique.

NOTE Voir la Référence ^[1] pour l'adhérence par cisaillement sur échantillons à bord entaillé.

Les caractéristiques spécifiques s'appliquant au choix, au stockage et à la manipulation du substrat sont décrites en détail. Des lignes directrices générales sont données en ce qui concerne l'appareillage utilisé pour les mesurages de l'adhérence. Il n'est pas envisagé de recommander d'effectuer l'ensemble des essais sur chaque matériau car certains essais ne seront pas appropriés. Toutefois, la qualité et la complexité d'un essai de laboratoire ne peuvent compenser le fait qu'il convient qu'un essai d'utilisation clinique doive apporter la preuve définitive des propriétés adhésives.

5.1 Essais d'adhérence

5.1.1 Généralités

Les matériaux adhésifs sont utilisés dans le milieu buccal à de multiples fins. Il convient que le choix de l'essai soit effectué en fonction de l'utilisation attendue du matériau. L'ISO 29022 ^[1] décrit l'essai normalisé ISO d'adhérence par cisaillement sur bord entaillé pour l'évaluation des produits de restauration dentaire directe. La présente Spécification technique décrit un essai d'adhérence par traction. De plus, elle décrit plusieurs variantes, telles que l'application en couche mince ou en volume, un séjour court ou long dans un environnement humide. Un ensemble d'essais peut être nécessaire pour évaluer correctement l'adhérence d'un matériau. Lorsque l'adhérence doit être mesurée, les données brutes seront en unités de force (N). Il est nécessaire de les convertir en unités de contrainte, c'est-à-dire en force par unité de surface (MPa). Ainsi, le contrôle de l'aire et du poli de la surface d'application du matériau adhésif est important.

Il existe plusieurs appareils permettant de mesurer l'adhérence d'un système adhésif par traction ou par cisaillement. Les exigences à prendre en compte pour le choix d'un instrument adapté à des éprouvettes de petite taille, parfois fragiles, sont les suivantes :

- la possibilité de monter la dent ou l'éprouvette de matériau dans l'appareil et la machine d'essai universelle sans appliquer de charge (de traction, flexion, cisaillement ou torsion) sur l'éprouvette ;
- une construction rigide, afin d'éviter toute déformation (ou déplacement) élastique de l'appareillage et du raccordement à la machine d'essai ;
- pour l'essai de traction, la possibilité d'appliquer une charge de traction unidirectionnelle qui augmente lentement et la capacité d'aligner l'éprouvette afin d'éviter une répartition inégale des contraintes pendant l'application de la charge.

De grandes différences dans les résultats d'adhérence entre différents laboratoires sont courantes. Il convient donc de traiter les valeurs absolues avec précaution et il peut être plus approprié de comparer le classement des matériaux.

Dans certaines circonstances, les essais d'adhérence sont uniquement utiles pour des contrôles. Ils peuvent seulement permettre des conseils approximatifs par rapport à la performance clinique d'un système adhésif. Les valeurs basses ont plus de chance de correspondre à une faible performance clinique, à savoir la rétention dans les cavités adhésives. Cependant, des valeurs d'adhérence au-dessus d'un certain seuil peuvent ne pas indiquer une meilleure performance clinique.

5.1.2 Substrat dentaire et stockage

5.1.2.1 Substrat

Utiliser des molaires/prémolaires permanentes humaines ou des incisives mandibulaires de bovins pour le mesurage de l'adhérence. Il convient que les bovins donateurs soient âgés au maximum de cinq ans.

Lors du mesurage de l'adhérence à la dentine humaine, la présente Spécification technique recommande d'utiliser la dentine vestibulaire superficielle, c'est-à-dire aussi proche de l'émail que possible pour réduire les variations. Il est préférable d'utiliser les troisièmes molaires permanentes de patients âgés de 16 ans à 40 ans, si cela est possible.

5.1.2.2 Laps de temps après l'extraction

Il est de plus en plus évident que des changements qui se produisent dans la dentine après extraction peuvent influencer sur les mesurages de l'adhérence. L'effet peut varier avec les différents types de matériaux de collage. L'idéal serait de mesurer l'adhérence immédiatement après l'extraction, mais ce n'est généralement pas faisable. Il apparaît que la plupart des changements se produisent dans les premiers jours ou les premières semaines après l'extraction. Il convient donc d'utiliser les dents dans le mois ou au maximum dans les 6 mois qui suivent l'extraction. Les dents extraites depuis plus de 6 mois peuvent avoir subi des changements dégénératifs des protéines dentinaires.

5.1.2.3 État des dents

Il convient que les dents humaines utilisées pour le mesurage de l'adhérence soient exemptes de carie et de préférence non restaurées. Toutefois, de petites restaurations superficielles qui ne se situent pas dans la zone d'essai d'adhérence peuvent être acceptables. Il convient de ne pas utiliser de dents précédemment dépulpées.

Il y a des indices qui suggèrent que des dents différentes de la denture peuvent donner des résultats différents en matière de liaison à la dentine et à l'émail. Il n'est pas possible d'avoir un contrôle parfait des variables telles que l'âge du donneur, son passé culturel et alimentaire, son état de santé ou encore de normaliser la composition et la structure des dents.

5.1.2.4 Stockage des dents

ISO/TS 11405:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d726cfb6-773b-4195-b42a->

Immédiatement après l'extraction, il convient de laver soigneusement les dents humaines à l'eau courante et de retirer toute trace de sang et de tissu adhérent ; il est préférable que cela soit réalisé par le praticien avec des instruments à main tranchants. Il convient de nettoyer les dents de bovins dès que possible après l'extraction et de retirer le tissu mou de la chambre pulpaire de manière similaire.

Il convient ensuite de placer les dents dans de l'eau distillée de qualité 3 selon l'ISO 3696:1987 ou dans une solution bactériostatique/bactéricide à 1,0 % de chloramine-T trihydratée pendant une semaine au maximum et de les stocker ensuite dans de l'eau distillée (ISO 3696:1987, qualité 3) au réfrigérateur, c'est-à-dire à une température nominale de 4 °C. Afin de limiter au maximum la détérioration, il convient de remplacer le milieu de stockage au moins une fois tous les deux mois. Il est essentiel de n'utiliser aucun autre agent chimique car ils sont susceptibles d'être absorbés par la substance dentaire et de modifier son comportement.

5.1.2.5 Préparation de la surface de la dent

Une surface plate, normalisée et reproductible, est nécessaire. Il convient que les surfaces dentaires soient maintenues humides en permanence pendant la préparation car l'exposition à l'air de la surface d'une dent durant plusieurs minutes peut provoquer des modifications irréversibles de la nature de la liaison. La dentine est particulièrement sensible à la déshydratation.

Afin de contrôler la planéité et l'angle de la surface pendant la préparation, il convient de placer la dent dans un support à l'aide de plâtre dentaire pour modèle ou d'une résine durcissant à froid.

NOTE L'absorption de la résine et la chaleur de la polymérisation peuvent avoir une influence négative sur la dent. Utiliser une résine visqueuse à prise lente. Il convient d'obturer la chambre pulpaire des dents de bovins, par exemple à l'aide de cire, pour éviter toute pénétration de résine dans la dentine. Autrement, utiliser un milieu d'enrobage de haute viscosité qui ne pénètre pas dans la chambre pulpaire. Ceci peut être vérifié en préparant un ensemble de dents enrobées et en examinant les chambres pulpaires pour détecter la présence de résine polymérisée.

S'assurer que la forme de la dent (zones de contre-dépouille, puits ou tiges de rétention) garantit son maintien dans le support d'inclusion. Dès que possible, placer la dent incluse dans de l'eau à (23 ± 2) °C.

La résine polymérisera au contact de l'eau. Il convient que le plâtre prenne dans une atmosphère à 100 % d'humidité relative.

Il convient de préparer une surface normalisée en l'aplanissant, sous l'eau courante, au contact d'un papier abrasif au carbure de silicium d'une granulométrie de type P400 comme défini dans l'ISO 6344-1:1998 [taille moyenne de grain $(35,0 \pm 1,5)$ µm].

Aplanir la surface exposée de la dent sur un papier au carborundum humide, fixé sur une surface dure et plane. Polir jusqu'à ce que la surface soit plane et lisse à l'examen visuel. Rejeter les dents présentant des expositions de la chambre pulpaire. S'assurer que la surface est confinée à la dentine coronaire superficielle et que les surfaces de toutes les dents ont été préparées à une profondeur similaire.

5.1.2.6 Application de l'adhésif

Il convient que la surface de la dent préparée pour l'application d'un matériau adhésif soit préconditionnée selon les instructions du fabricant. En l'absence d'instructions, rincer à l'eau courante pendant 10 s et retirer l'eau visible à la surface à l'aide d'un papier-filtre ou d'un léger/bref jet d'air comprimé déshuilé immédiatement avant l'application du matériau adhésif. Mélanger si nécessaire et appliquer le matériau adhésif selon les instructions du fabricant. Il convient d'opérer à (23 ± 2) °C et à (50 ± 10) % d'humidité relative.

5.1.3 Traitement des résultats

Les valeurs d'adhérence obtenues par essai de traction ou de cisaillement présentent généralement d'importants coefficients de variation (entre 20 % et 50 %) et il convient de procéder à des essais statistiques selon une méthode appropriée. Si le coefficient de variation excède 50 %, il est recommandé d'effectuer un contrôle approfondi de l'ensemble du mode opératoire.

Pour tout échec avant essai clairement dû à une mauvaise manipulation de l'échantillon, il convient que la valeur d'adhérence attribuée soit de 0 MPa.

Il convient de baser les résultats d'adhérence sur des méthodes statistiques appropriées et sur un nombre suffisant d'éprouvettes. Si les données suivent une loi normale, on peut calculer une moyenne, un écart-type et un coefficient de variation. Les moyennes peuvent être comparées par analyse de la variance (ANOVA). Toutefois, les résultats des essais d'adhérence ne sont pas souvent distribués selon une loi normale. De ce fait, l'utilisation de la probabilité de rupture, calculée à partir de la fonction de distribution de Weibull, fournit un moyen approprié de comparaison de nombreux matériaux.^[3] La contrainte donnant 10 % de rupture (P_{f10}) et celle donnant 90 % de rupture (P_{f90}) sont des méthodes opportunes pour caractériser l'adhérence. Un minimum de 15 éprouvettes est requis dans chaque groupe pour l'application des statistiques de Weibull. Si le nombre d'éprouvettes est inférieur, il convient que des tests non paramétriques soient effectués. En général, l'augmentation du nombre d'échantillons donne plus de certitude dans l'estimation de la moyenne vraie et de l'écart-type.